

10/593, 034

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/002224

International filing date: 15 February 2005 (15.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-079504  
Filing date: 19 March 2004 (19.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 07 April 2005 (07.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

17.02.2005

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日      2 0 0 4 年   3 月 1 9 日  
Date of Application:

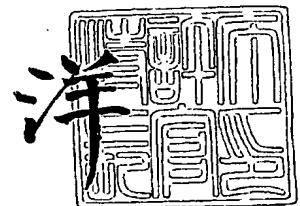
出 願 番 号      特 願 2 0 0 4 - 0 7 9 5 0 4  
Application Number:  
[ST. 10/C]:      [ J P 2 0 0 4 - 0 7 9 5 0 4 ]

出   願   人      株式会社日鉱マテリアルズ  
Applicant(s):

2 0 0 5 年   3 月 2 5 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



出証番号   出証特 2 0 0 5 - 3 0 2 6 8 0 8

【書類名】 特許願  
【整理番号】 AY160319A1  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 H01L 21/205  
C30B 25/18  
C30B 29/40

【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県北茨城市華川町白場 187番4号 株式会社日鉱マテリア  
ルズ 磯原工場内  
【氏名】 鈴木 健二

【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県北茨城市華川町白場 187番4号 株式会社日鉱マテリア  
ルズ 磯原工場内  
【氏名】 平野 立一

【発明者】  
【住所又は居所】 埼玉県戸田市新曽南3丁目17番35号 株式会社日鉱マテリア  
ルズ 戸田工場内  
【氏名】 中村 正志

【特許出願人】  
【識別番号】 591007860  
【氏名又は名称】 株式会社日鉱マテリアルズ

【代理人】  
【識別番号】 100090033  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 荒船 博司  
【電話番号】 03-3269-2611

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 027188  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1

## 【書類名】特許請求の範囲

## 【請求項 1】

エピタキシャル成長用の化合物半導体基板であって、  
基板表面に所定の光源から光を入射させたときに得られる散乱光の強度を前記光源からの入射光の強度で割った値をヘイズと定義したときに、  
ヘイズが基板の有効利用領域にわたって 2 ppm 以下であり、面方位からのオフアングルが  $0.05 \sim 0.10^\circ$  であることを特徴とする化合物半導体基板。

## 【請求項 2】

上記ヘイズが、基板の有効利用領域にわたって 1 ppm 以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の化合物半導体基板。

## 【請求項 3】

上記化合物半導体基板は InP 基板であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の化合物半導体基板。

## 【請求項 4】

転位密度が  $1000/\text{cm}^2$  以下であることを特徴とする請求項 3 に記載の化合物半導体基板。

## 【請求項 5】

転位密度が  $500/\text{cm}^2$  以下であることを特徴とする請求項 4 に記載の化合物半導体基板。

【書類名】明細書

【発明の名称】気相成長用基板

【技術分野】

【0001】

本発明は、化合物半導体層を気相成長させるための成長用基板に関し、特に、表面モロロジーが良好であるとともに、表面のマイクロラフネスが所定値以下の化合物半導体層を成長させる技術に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、発光素子や受光素子等の半導体素子の用途には、InP基板上にInP等のIII-V族系化合物半導体層をエピタキシャル成長させた半導体ウェハが広く用いられている。この化合物半導体のエピタキシャル層は、例えば、有機金属気相成長法（以下、MOCVD法と称する）により形成される。

【0003】

このMOCVD法により上述したIII-V族系化合物半導体層をエピタキシャル成長させた場合、エピタキシャル層の表面にヒロックとよばれる微小な凸状の欠陥や、オレンジピールとよばれるシワ状の欠陥が発生してしまい、エピタキシャル層の表面モロロジーが劣化するという問題があった。そこで、エピタキシャル層の表面モロロジーを改善するための種々の技術が提案されている。

【0004】

例えば、特許文献1では、MOCVD法によるエピタキシャル成長用基板として、面方位を<100>方向から角度で0.1~0.2°傾けたウェハを用い、かつ基板温度を600℃以上700℃以下の条件でエピタキシャル成長させる方法が提案されており、エピタキシャル層の表面におけるヒロック（特許文献1においては涙状欠陥と称している）を著しく低減させることに成功している。

【0005】

さらに、特許文献2では、基板の面方位の傾斜角（以下、オフアングルと称する）が大きくなった場合にオレンジピールが発生するのを防止するために、基板のオフアングルの範囲を、成長速度と基板温度の関数により規定したエピタキシャル成長方法が提案されている。これにより、エピタキシャル層表面に生じるヒロックを大幅に低減できるとともに、オレンジピールの発生を防止することにも成功している。

【0006】

また、特許文献3では、基板の欠陥密度（転位密度）も考慮に入れて基板のオフアングルを規定する方法が提案されている。具体的には、InP基板上に化合物半導体の薄膜を気相エピタキシャル成長させる際に、<100>からのオフアングル $\theta$ （°）が、 $\theta \geq 1 \times 10^{-3} D^{1/2}$ （ $D$ （ $\text{cm}^{-2}$ ）：基板の欠陥密度）を満足する基板を使用するようにしている。例えば、基板の欠陥密度 $D$ が $1000 \text{ cm}^{-2}$ の場合はオフアングル $\theta \geq 0.03$ である基板を使用し、 $10000 \text{ cm}^{-2}$ の場合はオフアングル $\theta \geq 0.10$ である基板を使用することとなる。

【特許文献1】特許第1975143号公報

【特許文献2】特許第2750331号公報

【特許文献3】特許第3129112号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

上述したように、従来はオフアングルと転位密度を規定した半導体基板を用い、さらに所定の成長条件で気相成長させることにより表面モロロジーが良好で実用的なエピタキシャル層を成長させることができていた。

【0008】

一方、半導体デバイスの高集積化、高機能化の要求に伴い、エピタキシャル層の表面状

出証特2005-3026808

態の品質は益々重要視されるため、表面状態のより詳細かつ正確な評価が必要になると考えられる。例えば、上述した涙状欠陥等の表面モホロジーはノマルスキー顕微鏡等で観察されるものであるが、このような方法では観察できない表面状態も含めてエピタキシャル層を評価するのが望ましいと考えられる。つまり、実際のエピタキシャル層表面は上記ノマルスキー顕微鏡で観察しうる欠陥が皆無でも表面が完全になめらかというわけではなく、少なくともマイクロスケールレベルでの起伏（以下、マイクロラフネスと称する）が存在するため、このマイクロラフネスも考慮してエピタキシャル層の表面状態を評価するのが望ましい。

#### 【0009】

そこで、本発明は、従来は特に重要視されていなかったエピタキシャル層表面のマイクロラフネスに着目し、エピタキシャル層の表面状態をマイクロラフネスのレベルで改善できる技術を提供することを目的とする。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0010】

従来より、半導体ウェハの製造工程において、ウェハ面上に付着した異物等の欠陥を検査する作業が行われている。一般に、ウェハ表面の欠陥検査にはウェハ表面にレーザ光を照射して散乱光を光検出器によって検出する表面異物検査装置が用いられており、例えば、KLA-Tencor社製のSurfscan 6220が代表的である。

#### 【0011】

図1にSurfscan 6220の原理図を示す。Surfscan 6220では、所定の位置に配置されたウェハに光源Lからレーザを照射し、基板の表面状態によっては光が入射点から散乱するので、この散乱光を収集して低ノイズ光電子増倍管（PMT: Photo-Multiplier Tube）で増幅し、PMTで増幅された散乱信号に基づいてウェハの表面状態を分析する。また、ウェハ搬送軸方向Yに一定の速度で搬送するとともに、所定の光源をレーザスイープ軸方向Xに往復移動させながら、レーザビームを照射することにより、基板全体をサンプリングすることができる。

#### 【0012】

光源Lをレーザスイープ軸方向Xに走査したときのウェハ表面からの散乱信号を図2に示す。図2に示すように、設定したしきい値以上の散乱信号が得られたときにその部分を異物として検出する。このようにしてSurfscan 6220では散乱信号の強度で異物を検出できる他、散乱信号のバックグラウンドの高さ（散乱光強度）を入射光強度で割った値（散乱光強度／入射光強度（ppm））で定義されるヘイズを測定することができる。例えば、ヘイズが大きくなるとそれだけウェハ表面のマイクロラフネスが大きく、表面状態が悪いということになる。

#### 【0013】

ここで、エピタキシャル層表面について考えると、エピタキシャル層の表面に涙状欠陥等の異常が生じている場合には、当然表面の起伏が大きくなるのでエピタキシャル層表面のヘイズが大きくなると予想される。また、エピタキシャル層表面に涙状欠陥等の異常表面モホロジーが観察されない場合であっても、半導体デバイスの性能に悪影響を及ぼす程度のマイクロラフネスが存在することはあり得る。このような場合に、エピタキシャル層表面のヘイズを測定することで表面をマイクロラフネスのレベルで評価することができる。

#### 【0014】

そこで、本発明者等は、半導体デバイスの高集積化、高機能化に伴い、エピタキシャル層の表面状態の品質向上がさらに要求されていることから、エピタキシャル層表面のマイクロラフネスに着目し、具体的にはエピタキシャル層表面のヘイズを2 ppm以下とすることを目標とした。これは、ヘイズが2 ppm以下であればマイクロラフネスは極めて小さいと考えられ、当然に表面欠陥も発生していないとみなすことができるからである。

#### 【0015】

具体的には、まず、エピタキシャル成長用の基板表面のマイクロラフネスが該基板上に成長されるエピタキシャル層の表面状態（特にマイクロラフネス）に少なからず影響を与えるのではないかと考え、エピタキシャル成長前の基板表面のヘイズと該基板上に成長させたエピタキシャル層表面のヘイズとの関係を調べた。ここで、ヘイズは上記 *Surfscan 6220* により測定され、散乱光強度を入射光強度で割った百万分率で表される。その結果、エピタキシャル層表面のヘイズは、用いた基板表面のヘイズよりも必ず同等又は大きくなることが分かった。これより、エピタキシャル層表面のマイクロラフネスを抑制するためには、表面のヘイズが極力小さい基板を用いなければならないことが明らかとなった。

#### 【0016】

また、ヘイズが2ppm以下の基板を用いて該基板上にエピタキシャル層を成長させたところ、エピタキシャル層表面のヘイズは2ppm程度の場合もあれば大きく劣化する場合もあることが判明した。そこで、さらに実験を重ね、エピタキシャル層表面のヘイズは基板表面のヘイズだけでなく基板のオフアングルにも依存することを突き止めた。具体的には、ヘイズが2ppm以下でオフアングルが $0.05 \sim 0.10^\circ$ の範囲である基板を用いた場合に、該基板上に成長させたエピタキシャル層表面のヘイズを2ppm以下とすることができた。特に、ヘイズが $0.5 \sim 0.8$ ppmで、オフアングルが $0.06 \sim 0.10^\circ$ の範囲である基板を用いた場合にはエピタキシャル層表面のヘイズを1ppm以下とすることができた。

#### 【0017】

本発明は上記知見に基づいて完成されたものであり、エピタキシャル層の表面状態をマイクロラフネスのレベルで改善するために、エピタキシャル成長に用いられる基板の表面のヘイズ及びオフアングルを規定するようにしたものである。

すなわち、基板表面に所定の光源から光を入射させたときに得られる散乱光の強度を前記光源からの入射光の強度で割った値をヘイズと定義したときに、ヘイズが基板の有効利用領域全域にわたって2ppm以下であり、オフアングルが $0.05 \sim 0.10^\circ$ であることを特徴とする化合物半導体基板である。望ましくは、基板表面のヘイズは1ppm以下とすることで、該基板上に成長されるエピタキシャル層表面のヘイズをより小さくすることができる。ここで、上記ヘイズは、例えば、KLA-Tencor社製の*Surfscan 6220*を用いて、基板の有効利用領域（面取り部分等の基板周縁部を除く）にわたって測定される値である。

#### 【0018】

特に、上記化合物半導体基板がInP基板であるときに有効である。また、転位密度が $1000/\text{cm}^2$ 以下、望ましくは $500/\text{cm}^2$ 以下とすることで、エピタキシャル成長後の表面欠陥の発生を効果的に抑制することができ、かつヘイズを2ppm以下にすることができる。

#### 【発明の効果】

#### 【0019】

本発明に係る基板を用いてエピタキシャル成長を行うことにより、成長されたエピタキシャル層表面のヘイズは2ppm以下となる。すなわち、マイクロラフネスが非常に小さい極めて良好な表面状態のエピタキシャル層を成長させることができる。したがって、本発明に係る基板上に半導体層をエピタキシャル成長させた半導体素子は、高集積化、高機能化を要求される半導体デバイスの用途に適用することができる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0020】

以下、本発明の好適な実施の形態を図面に基づいて説明する。

はじめに、液体封止チョクラルスキー法（Liquid Encapsulated Czochralski; LEC）により転位密度が $1000/\text{cm}^2$ 以下の（100）InP単結晶を作製し、該InP単結晶から切り出してエピタキシャル成長用基板を作製した。そして、このInP単結晶基板の表面を通常の方法により鏡面加工し $\langle 100 \rangle$ 方向からのオフアングルが $0.05 \sim$

0.  $10^\circ$  である基板を準備した。

【0021】

これらの基板について、Surfscan 6220により表面のヘイズを測定し測定可能領域（有効利用領域）におけるヘイズが0.5～0.8 ppmであるものを選定した。なお、Surfscan 6220の光源は30mWアルゴンイオンレーザで、波長が488nmである。

【0022】

そして、これらの基板上に有機金属気相成長法によりn-InP層（膜厚1.0  $\mu\text{m}$ ）、n-InGaAs層（膜厚4.0  $\mu\text{m}$ ）、n-InP層（膜厚2.0  $\mu\text{m}$ ）、及びn-InGaAs層（膜厚0.1  $\mu\text{m}$ ）を順次成長させた。このとき、エピタキシャル層の成長速度は1  $\mu\text{m}$ /時間で、成長温度は620℃とした。

【0023】

上記のようにエピタキシャル成長された最上層のn-InGaAs層について、表面状態をノマルスキー顕微鏡にて観察したが、表面欠陥は認められず極めて良好な表面状態であることが確認できた。

【0024】

さらに、Surfscan 6220によりn-InGaAs層表面のヘイズを測定した。基板のオフアングルとn-InGaAs層表面のヘイズとの関係を図3に示す。本実施形態に係る測定結果は図3の○印である。図3に示すように、オフアングルが0.05～0.10°である基板を用いた場合は何れもn-InGaAs層表面のヘイズは2 ppm以下となり、マイクロラフネスの小さい極めて良好な表面状態のエピタキシャル層であることが確認できた。特に、オフアングルが0.06～0.10°の基板においては、基板のヘイズとn-InGaAs層のヘイズは同程度であり、マイクロラフネスの劣化を効果的に抑制することができた。

【0025】

一方、比較のため、上記実施形態とはオフアングルが異なる基板を用いた場合のエピタキシャル層の表面状態を評価した。具体的には、LEC法により転位密度が1000個/ $\text{cm}^2$ 以下のInP基板を作製し、表面を通常の方法により鏡面加工し<100>方向からのオフアングルが0.05°よりも小さい基板（0.01～0.025°）及び0.10°よりも大きい基板（0.14～0.20°）を準備した。次いで、これらの基板についてSurfscan 6220により表面のヘイズを測定し測定可能領域におけるヘイズが0.5～0.8 ppmであるものを選定し、該基板上に上記実施形態と同様な構成のエピタキシャル層を成長させた。

【0026】

そして、エピタキシャル成長された最上層のn-InGaAs層についてノマルスキー顕微鏡で観察したところ、オフアングルが0.20°の基板上に成長させたn-InGaAs層では表面モホロジーの劣化が認められた。

【0027】

さらに、Surfscan 6220によりn-InGaAs層表面のヘイズを測定した。基板のオフアングルとn-InGaAs層表面のヘイズとの関係を図3に示す。オフアングルが0.05°よりも小さい基板を用いたときの測定結果を□印で、オフアングルが0.10°よりも大きい基板を用いたときの測定結果を△印で示す。

【0028】

図3に示すように、オフアングルが0.05°よりも小さい基板を用いた場合は何れもn-InGaAs層表面のヘイズは2 ppm以上となっており、マイクロラフネスの劣化が認められた。同様に、オフアングルが0.10°よりも大きい基板を用いた場合もn-InGaAs層表面のヘイズは3 ppm以上となっており、オフアングルが0.05°よりも小さい基板を用いた場合に比較しても著しくマイクロラフネスの劣化が認められた。

【0029】

上述したように、エピタキシャル成長前の基板として、表面のヘイズが1 ppm以下で



、オフアングルが $0.05 \sim 0.10^\circ$ である基板を用いることにより、該基板上に成長されるエピタキシャル層は表面のヘイズが2 ppm以下となり極めて良好な表面状態を実現できる。また、涙状欠陥等の表面欠陥も発生していないことはいうまでもない。

#### 【0030】

また、上記実施形態では、ヘイズが $0.5 \sim 0.8$  ppm、すなわち1 ppm以下の基板を用いてエピタキシャル成長を行ったが、基板のオフアングルとの関係からヘイズが2 ppm以下の基板を用いても、該基板上に成長されるエピタキシャル層のヘイズを2 ppm以下とすることができる。つまり、オフアングルが $0.06 \sim 0.10^\circ$ の基板においては、基板のヘイズとエピタキシャル層のヘイズは同程度でありマイクロラフネスの劣化は認められないので、ヘイズが2 ppm以下の基板を用いることでエピタキシャル層表面のヘイズを所望の値とすることができると考えられる。

#### 【0031】

このように、本発明に係る基板上に半導体層をエピタキシャル成長させた半導体素子は、マイクロラフネスのレベルで表面状態は良好であるといえるので、高集積化、高機能化を要求される半導体デバイスの用途にも対応することが可能となる。

#### 【0032】

以上、本発明者によってなされた発明を実施形態に基づいて具体的に説明したが、本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で変更可能である。

例えば、上記実施の形態では、InP基板上にInGaAs層をエピタキシャル成長させた例について説明したが、InP基板上に、InGaAs以外のIII-V族系化合物半導体層をエピタキシャル成長させる場合にも本発明を同様に適用できる。また、III-V族系化合物半導体のエピタキシャル成長に限らず、エピタキシャル成長全般に適用できると考えられる。

#### 【0033】

また、上記実施形態では転位密度が $1000/\text{cm}^2$ 以下の基板を用いたが、転位密度が小さい方が表面欠陥の発生を抑制できると考えられるので、 $500/\text{cm}^2$ 以下とするのが望ましい。また、本実施形態では基板の面方位を(100)としているが、他の面方位の基板にも適用でき、基板の面方位からのオフアングルを $0.05 \sim 0.10^\circ$ とすれば同様の効果を得ることができる。

#### 【0034】

なお、本願では、KLA-Tencor社製のSurfscan 6220で測定されたヘイズ（散乱光強度／入射光強度の百万分率）に基づいて記載しているが、他社製のヘイズ測定装置（例えば、日立電子エンジニアリング社製のLS5000）で測定されたヘイズについても同様に規定することができる。例えば、Surfscan 6220で測定されたヘイズと他のヘイズ測定装置で測定されたヘイズとの相関関係を調べることにより、本発明におけるヘイズを他のヘイズ測定装置で測定されたヘイズで規定することは容易である。この場合も、基板のオフアングルは $0.05 \sim 0.10^\circ$ とすることになる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0035】

【図1】 KLA-Tencor社製のSurfscan 6220の原理図である。

【図2】 光源Lをレーザスイープ軸方向Xに走査したときのウェハ表面からの散乱信号の一例である。

【図3】 基板のオフアングルと該基板上にエピタキシャル成長されたn-InGaAs層表面のヘイズとの関係を示すグラフである。

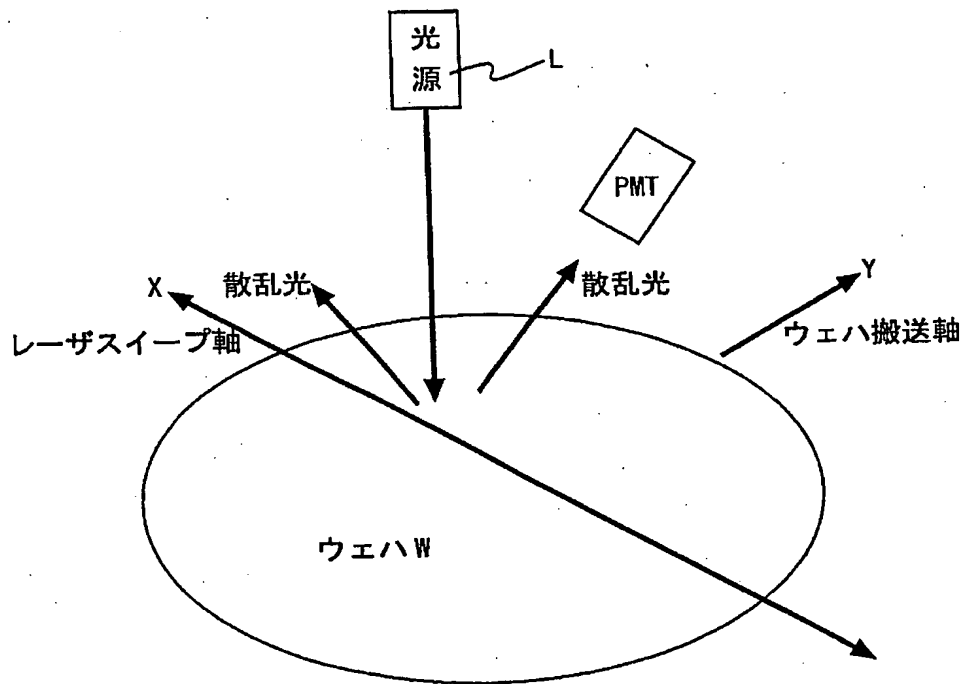
#### 【符号の説明】

#### 【0036】

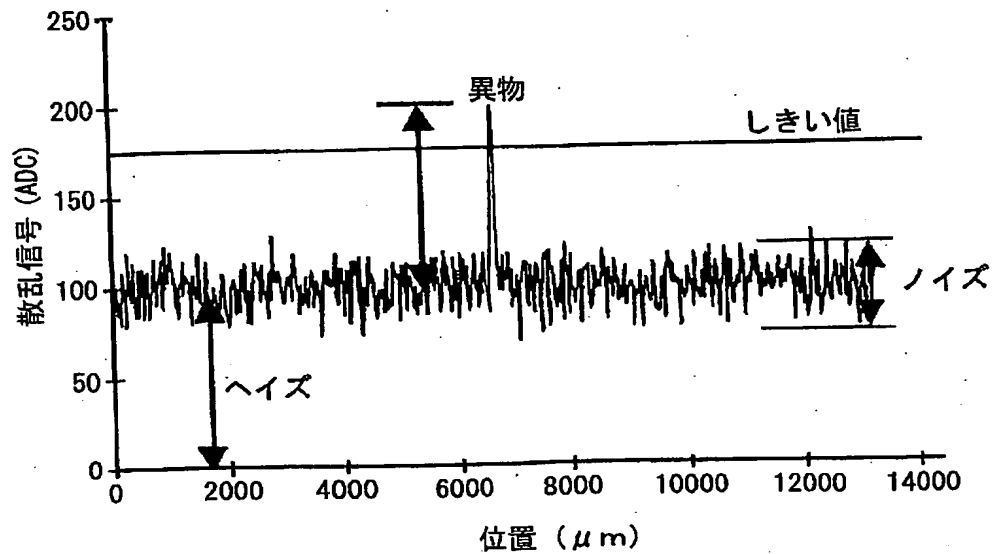
L 光源  
X レーザスイープ軸  
Y ウェハ搬送軸

W ウェハ  
PMT 低ノイズ光電子増倍管

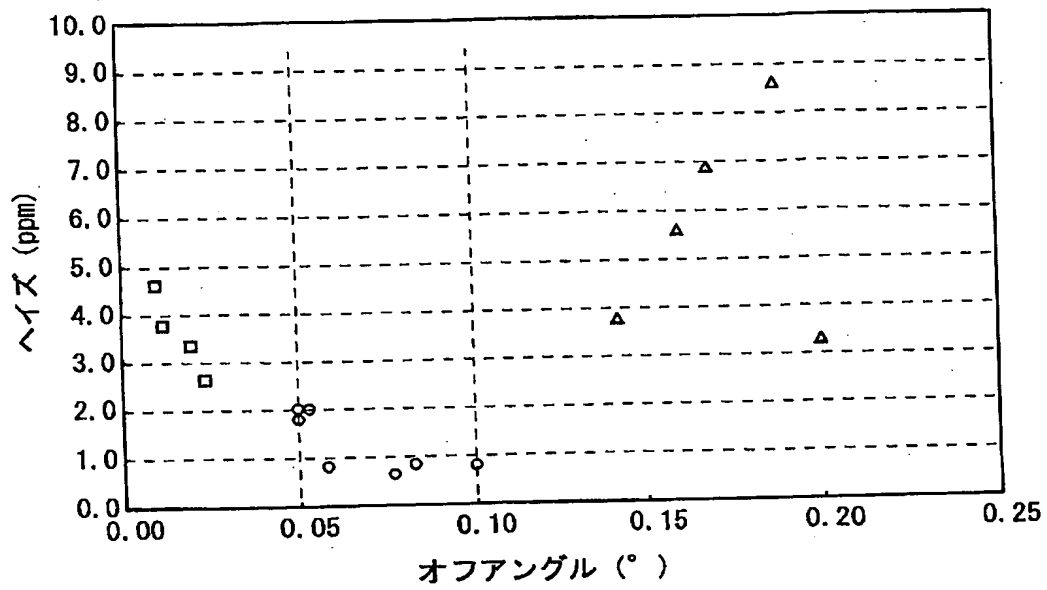
【書類名】 図面  
【図 1】



【図 2】



【図 3】



## 【書類名】要約書

## 【要約】

【課題】 エピタキシャル層の表面状態をマイクロラフネスのレベルで改善できるエピタキシャル成長用基板を提供する。

【解決手段】 エピタキシャル成長用基板において、基板表面に所定の光源から光を入射させたときに得られる散乱光の強度を前記光源からの入射光の強度で割った値をヘイズと定義したときに、ヘイズが基板の有効利用領域全域にわたって2 ppm以下で、オフアングルが $0.05 \sim 0.10^\circ$ となるようにした。

【選択図】 図3

認定・付加情報

特許出願の番号

特願 2004-079504

受付番号

50400454459

書類名

特許願

担当官

第五担当上席

0094

作成日

平成16年 3月26日

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成16年 3月19日

特願 2004-079504

出願人履歴情報

識別番号

[591007860]

1. 変更年月日

[変更理由]

住所

氏名

1999年 8月 2日

名称変更

東京都港区虎ノ門2丁目10番1号

株式会社日鉱マテリアルズ